

KONINKRIJK DER



NEDERLANDEN



Bureau voor de Industriële Eigendom

REC'D 11 FEB 2004

WIPO PCT

Hierbij wordt verklaard, dat in Nederland op 30 januari 2003 onder nummer 1022526,

ten name van:

DSM N.V.

te Heerlen

een aanvraag om octrooi werd ingediend voor:

"Werkwijze voor het afscheiden van NH_3 en optioneel tevens CO_2 en H_2O uit een mengsel bevattende NH_3 , CO_2 en H_2O ",

en dat de hieraan gehechte stukken overeenstemmen met de oorspronkelijk ingediende stukken.

Rijswijk, 30 januari 2004

De Directeur van het Bureau voor de Industriële Eigendom,
voor deze,

Mw. M.M. Enhus

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

UITTREKSEL

De uitvinding betreft een werkwijze voor het afscheiden van NH_3 uit een mengsel bevattende NH_3 , CO_2 en H_2O , omvattende een NH_3 -rectificatiestap welke wordt
5 uitgevoerd in een NH_3 -scheidingsinrichting waaraan één of meer stromen welke NH_3 , CO_2 en H_2O bevatten, waaronder het mengsel, worden toegevoerd, waarbij een in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom in de NH_3 -scheidingsinrichting wordt gevormd, van het mengsel afgescheiden en afgevoerd. In de werkwijze volgens de uitvinding wordt een condensatiestap uitgevoerd op ten minste één van de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3
10 bestaande stroom of de aan de NH_3 -scheidingsinrichting toegevoerde één of meer stromen welke NH_3 , CO_2 en H_2O bevatten, waarin ten minste een deel van de aanwezige CO_2 in een vloeibare fase wordt gebracht.

WERKWIJZE VOOR HET AFSCHEIDEN VAN NH₃, EN OPTIONEEL TEVENS CO₂ EN
H₂O, UIT EEN MENGSEL BEVATTENDE NH₃, CO₂ EN H₂O

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het afscheiden van NH₃ uit een mengsel bevattende NH₃, CO₂ en H₂O, omvattende een NH₃-rectificatiestap welke wordt uitgevoerd in een NH₃-scheidingsinrichting waaraan één of meer stromen welke NH₃, CO₂ en H₂O bevatten, waaronder het mengsel, worden toegevoerd, waarbij een in hoofdzaak uit gasvormige NH₃ bestaande stroom in de NH₃-scheidingsinrichting wordt gevormd, van het mengsel afgescheiden en afgevoerd.

Een dergelijke werkwijze is bekend uit NL 7804668 A. In de bekende werkwijze, welke toepassing kan vinden in processen voor de bereiding van melamine of ureum of de gecombineerde bereiding van melamine en ureum, is het mengsel dat aan de NH₃-scheidingsinrichting wordt toegevoerd gasvormig of vloeibaar. De NH₃-scheidingsinrichting is als een destillatie-inrichting uitgevoerd; in energiebehoefte worden door middel van stoom voorzien. De in hoofdzaak uit gasvormige NH₃ bestaande stroom wordt deels gecondenseerd, waarbij vloeibare NH₃ wordt gevormd. De vloeibare NH₃ wordt teruggevoerd naar de NH₃-scheidingsinrichting. Het mengsel wordt uit de NH₃-scheidingsinrichting afgevoerd; in vervolgstappen kan een stroom die in hoofdzaak uit CO₂ bestaat en een stroom die in hoofdzaak uit H₂O bestaat van het mengsel worden afgescheiden.

Een nadeel van de bekende werkwijze is dat de NH₃-scheidingsinrichting moeilijk te regelen is. De samenstelling, druk en temperatuur zijn zodanig dat reguliere fluctuaties in de procesvoering het gevaar van vaste stofvorming met zich meebrengen. Indien dit plaatsvindt moet de vaste stof verwijderd worden door middel van spoelen met water waardoor de efficiëntie van de NH₃-scheidingsinrichting daalt.

Het is het doel van de uitvinding om genoemd nadeel te verminderen.

Genoemd doel wordt in de werkwijze volgens de uitvinding bereikt doordat een condensatiestap wordt uitgevoerd op ten minste één van de in hoofdzaak uit gasvormige NH₃ bestaande stroom of de aan de NH₃-scheidingsinrichting toegevoerde één of meer stromen welke NH₃, CO₂ en H₂O bevatten, waarin ten minste een deel van de aanwezige CO₂ in een vloeibare fase wordt gebracht.

Een voordeel van de werkwijze volgens de uitvinding is dat het gevaar voor vorming van vaste stof in de NH_3 -scheidingsinrichting kleiner is dan in de bekende NH_3 -scheidingsinrichting. Hierdoor is minder noodzaak tot efficiëntieschadende maatregelen als genoemde spoeling met water, waardoor de werkwijze stabiel is bij een lager energieverbruik, bijvoorbeeld in de vorm van stoom, en daardoor goedkoper is.

Zonder de intentie te hebben een theoretische verklaring voor de voordelen van de werkwijze volgens de uitvinding te geven, wordt verondersteld dat het in een vloeibare fase brengen van CO_2 de verhoudingen in de NH_3 -rectificatiestap tussen NH_3 , CO_2 en H_2O en/of de fase waarin zij zich bevinden zodanig beïnvloedt dat er minder gevaar van vorming van vaste stof is. Daarnaast wordt verondersteld dat het mogelijk is de operationele mogelijkheden van samenstelling, druk en temperatuur binnenin de NH_3 -scheidingsinrichting op zodanige wijze te verruimen dat er minder gevaar van vorming van vaste stof is.

De werkwijze volgens de uitvinding wordt toegepast op een mengsel bevattende NH_3 , CO_2 en H_2O . De verhoudingen tussen NH_3 , CO_2 en H_2O kunnen binnen brede grenzen variëren, evenals de druk en de temperatuur van het mengsel. Bij voorkeur is er geen vaste stof in het mengsel aanwezig. Daarnaast kan de wijze waarop de hierna te bespreken NH_3 -rectificatiestap wordt uitgevoerd invloed hebben op de mogelijke verhoudingen tussen NH_3 , CO_2 en H_2O , zoals bijvoorbeeld in geval van toepassing van destillatie in de NH_3 -rectificatiestap. Dan is het van belang om, zoals in bijvoorbeeld NL 7804668 A wordt aangehaald, rekening te houden met het bekende azeotropische karakter van mengsels van NH_3 , CO_2 en H_2O . Hierdoor is het bij een gegeven samenstelling en druk via gewone destillatie alleen mogelijk zuivere NH_3 af te scheiden indien de samenstelling zich in het zogeheten NH_3 -rijke gebied, dit is gebied I in fig. 1 van NL 7804668 A, bevindt. Analooog kan via gewone destillatie alleen zuivere CO_2 afgescheiden worden indien de samenstelling zich in het CO_2 -rijke gebied, dit is gebied II in fig. 1 van NL 7804668 A, bevindt.

Indien het mengsel aanwezig is in, of afkomstig is van, op zich bekende processen voor de bereiding van melamine of ureum, bevat het mengsel in het algemeen tussen 20 en 70 % NH_3 , tussen 10 en 50 % CO_2 en tussen 10 en 70 % H_2O . Bij voorkeur bevat het mengsel tussen 25 en 60 % NH_3 , tussen 15 en 40 % CO_2 en tussen 20 en 55 % H_2O . Met meer voorkeur bevat het mengsel tussen 30 en 50 % NH_3 , tussen 15 en 25 %

CO₂ en tussen 25 en 50 % H₂O. Genoemde percentages hier en hierna zijn gewichtspercentages, tenzij anders vermeld.

Met NH₃-rectificatiestap wordt in de werkwijze volgens de uitvinding een stap bedoeld, toegepast op het mengsel, waarin door middel van een
5 scheidingstechnologie wordt bereikt dat een stroom ontstaat welke in hoofdzaak uit NH₃ bestaat. In beginsel is iedere scheidingstechnologie geschikt waarin bereikt wordt dat de in hoofdzaak uit gasvormige NH₃ bestaande stroom wordt gevormd, van het mengsel afgescheiden en kan worden afgevoerd. Voorbeelden van mogelijke scheidingstechnologieën zijn membraanscheiding en destillatie. Bij voorkeur wordt
10 destillatie toegepast.

Het kan nuttig of nodig zijn dat één of meer additionele stromen aan de NH₃-rectificatiestap worden toegevoerd die het thermodynamisch evenwicht beïnvloeden. Een additionele stroom kan ook worden toegevoerd met als doel om er, net als bij het mengsel, NH₃ uit af te scheiden. De additionele stromen kunnen NH₃ en/of CO₂ en/of H₂O
15 bevatten. Voorbeelden van additionele stromen zijn vloeibare NH₃, en recirculatiestromen afkomstig uit processtappen welke verder op het mengsel worden toegepast. De NH₃-rectificatiestap wordt uitgevoerd in een NH₃-scheidingsinrichting. Indien destillatie wordt gekozen als scheidingstechnologie liggen de drukken veelal tussen 0,1 en 6 MPa, bij voorkeur tussen 0,3 en 4 MPa, met meer voorkeur tussen 0,6 en 3 MPa; de temperatuur
20 ligt veelal tussen 5 en 160°C.

De in hoofdzaak uit gasvormige NH₃ bestaande stroom welke in de NH₃-scheidingsinrichting wordt gevormd en van het mengsel afgescheiden, wordt afgevoerd. Naast NH₃ kan genoemde stroom ook kleine hoeveelheden van andere verbindingen zoals CO₂ en H₂O bevatten; bij voorkeur bevat de in hoofdzaak uit gasvormige NH₃ bestaande
25 stroom minder dan 15 % andere verbindingen, met meer voorkeur minder dan 10 %, met nog meer voorkeur minder dan 8 %, en met de meeste voorkeur minder dan 5 % of zelfs minder dan 1 %. Hierbij geldt dat de afweging gemaakt kan worden tussen de scheidingsinspanning die benodigd is om de hoeveelheid andere verbindingen verder te reduceren en de hoeveelheid van de andere verbindingen welke toegelaten kan worden in
30 het licht van de verdere toepassing van de in hoofdzaak uit gasvormige NH₃ bestaande stroom. Daarnaast geldt dat, indien het toestaan van een zekere hoeveelheid CO₂ in de in hoofdzaak uit gasvormige NH₃ bestaande stroom, bijvoorbeeld 5 % of minder, leidt tot een

vereenvoudiging of stabilisering van het bedrijven van de NH_3 -scheidingsinrichting, het van voordeel is om de later te bespreken condensatiestap volgens de uitvinding ten minste op de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom toe te passen.

In de werkwijze volgens de uitvinding wordt een condensatiestap

- 5 toegepast op ten minste één van de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom of de aan de NH_3 -scheidingsinrichting toegevoerde één of meer stromen welke NH_3 , CO_2 en H_2O bevatten. De condensatiestap kan door middel van op zich bekende technieken worden uitgevoerd. Voorbeelden van dergelijke technieken zijn: koeling door middel van
- 10 direct contact met een koelmedium en/of door indirecte koeling in een warmtewisselaar en/of het in contact brengen met een vloeibaar absorberend medium. Hierbij geldt dat ten minste een deel van de aanwezige CO_2 in een vloeibare fase wordt gebracht. De vloeibare fase kan tijdens de condensatiestap reeds aanwezig zijn, bijvoorbeeld doordat de condensatiestap op een gas/vloeistof mengsel wordt uitgevoerd; de vloeibare fase kan ook
- 15 condenseert waarin de CO_2 alsmede NH_3 geabsorbeerd wordt; de vloeibare fase kan ook aangevoerd worden, zoals het vloeibaar absorberend medium als hierboven genoemd. Bij voorkeur wordt tussen 40 % en in hoofdzaak alle aanwezige CO_2 in een vloeibare fase gebracht; met meer voorkeur wordt tussen 50% en in hoofdzaak alle aanwezige CO_2 in een vloeibare fase gebracht, met nog meer voorkeur tussen 75% en 99% of 95%.

- 20 De werkwijze volgens de uitvinding kan toegepast worden met als doel om de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom te verkrijgen uit het mengsel. Het kan daarnaast gewenst zijn om, naast NH_3 , ook CO_2 en H_2O uit het mengsel vrij te maken. De werkwijze volgens de uitvinding omvat daarom verder bij voorkeur, teneinde CO_2 en H_2O af te scheiden van het mengsel:

- 25
- een CO_2 -rectificatiestap, welke in een CO_2 -scheidingsinrichting wordt toegepast op het mengsel afkomstig uit de NH_3 -scheidingsinrichting onder toevoering van een stroom afkomstig uit een desorptieinrichting, waarbij een in hoofdzaak uit CO_2 bestaande stroom in de CO_2 -scheidingsinrichting wordt gevormd en van het mengsel wordt afgescheiden, en
- 30
- een desorptiestap, welke in de desorptieinrichting wordt toegepast op het mengsel afkomstig uit de CO_2 -scheidingsinrichting, waarin een in hoofdzaak uit H_2O bestaande stroom wordt gevormd en van het mengsel wordt afgescheiden, waarna het mengsel

wordt teruggevoerd naar de NH_3 -scheidingsinrichting en/of de CO_2 -scheidingsinrichting.

- De CO_2 -rectificatiestap kan met behulp van op zich bekende technieken worden uitgevoerd, in een CO_2 -scheidingsinrichting. Voorbeeld van een dergelijke
- 5 techniek zijn membraanscheiding en destillatie. In het geval van destillatie is de in hoofdzaak uit CO_2 bestaande stroom het topproduct. Indien destillatie op het mengsel wordt toegepast, en er, zoals veelal het geval zal zijn, hoofdzakelijk NH_3 , CO_2 en H_2O aanwezig zijn, is te verwachten dat er rekening moet worden gehouden met het eerder genoemde azeotropische gedrag. De samenstelling in de CO_2 -scheidingsinrichting, zijnde
- 10 de inrichting waarin de CO_2 -rectificatiestap wordt uitgevoerd, moet in het CO_2 -rijke gebied zijn bij de heersende druk. Indien de samenstelling van het uit de NH_3 -scheidingsinrichting aangevoerde mengsel, ook rekening houdend met de samenstelling van de stroom afkomstig uit de desorptiestap, ertoe zal leiden dat de samenstelling in de CO_2 -scheidingsinrichting niet in het CO_2 -rijke gebied is, is een aanvullende maatregel nodig.
- 15 Voorbeelden van dergelijke aanvullende maatregelen zijn: een verandering van druk, bijvoorbeeld een drukverhoging, en/of een verandering in samenstelling, bijvoorbeeld door toevoer van een additionele stroom zoals bijvoorbeeld een stroom H_2O . Indien drukverhoging wordt toegepast ligt de druk in de CO_2 -scheidingsinrichting veelal tussen 0,5 en 10 MPa, met meer voorkeur tussen 1 en 6 MPa en in het bijzonder tussen 1,5 en 5
- 20 MPa. De top-temperaturen in de CO_2 -scheidingsinrichting liggen dan veelal tussen 30 en 175°C, bij voorkeur tussen 100 en 150°C, de bodemtemperaturen veelal tussen 100 en 250°C, bij voorkeur tussen 150 en 200°C.

- Uit de CO_2 -rectificatiestap komt, zoals hierboven aangeven, een in hoofdzaak uit CO_2 bestaande stroom vrij. Daarnaast komt het mengsel vrij; het mengsel
- 25 wordt uit de CO_2 -scheidingsinrichting afgevoerd en vervolgens aan de desorptieinrichting toegevoerd, waar de desorptiestap wordt uitgevoerd. De desorptiestap heeft tot doel om een in hoofdzaak uit H_2O bestaande stroom uit het mengsel vrij te maken. Dit kan met behulp van op zich bekende technieken gebeuren, zoals met destillatie in welk geval de in hoofdzaak uit H_2O bestaande stroom het bodemproduct is. Nadat in de desorptiestap een
- 30 in hoofdzaak uit H_2O bestaande stroom is afgescheiden van het mengsel, wordt de resterende hoeveelheid van het mengsel, welke nog steeds NH_3 , CO_2 en H_2O bevat, teruggevoerd naar de NH_3 -scheidingsinrichting en/of de CO_2 -scheidingsinrichting.

De condensatiestap volgens de uitvinding wordt in deze uitvoeringsvorm toegepast op de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom uit de NH_3 -scheidingsinrichting en/of op ten minste een deel van de stroom welke afkomstig is van de desorptieinrichting en welke aan de NH_3 -scheidingsinrichting wordt toegevoerd.

5 In een bijzondere uitvoeringsvorm van de uitvinding wordt de desorptiestap uitgevoerd in twee desorptiezones waarbij de ene zone wordt bedreven bij een druk nagenoeg gelijk aan de druk in NH_3 -scheidingsinrichting en de tweede bij een druk nagenoeg gelijk aan de druk in de CO_2 -scheidingsinrichting. De uit de desorptiezones komende stromen worden overgebracht naar de beide scheidingsinrichtingen met de
10 nagenoeg overeenkomstige druk. Gevonden werd dat hierbij een reductie in stoomverbruik kan worden verkregen.

Indien de condensatiestap volgens de uitvinding wordt toegepast op de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom, wordt dit bij voorkeur gedaan in een verdrongen condensor onder toevoering van een waterige stroom en/of vloeibare NH_3 als
15 absorberend medium. Een verdrongen condensor is op zich bekend, uit bijvoorbeeld NL 8400839 A. De waterige stroom bestaat in hoofdzaak uit water maar kan daarnaast ook andere verbindingen bevatten; voorbeelden hiervan zijn NH_3 , CO_2 , ammoniumcarbamaat, melamine, of ureum. In de verdrongen condensor komt de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom in direct contact met de tevens toegevoerde waterige stroom en/of
20 vloeibare NH_3 , waarin CO_2 zal absorberen. Het voordeel hiervan is dat minder hoge eisen aan de CO_2 -verwijdering in de NH_3 -scheidingsinrichting gesteld worden dan in de bekende werkwijze, hetgeen de stabiliteit van bedrijven ten goede komt en het risico van vorming van vaste stof vermindert. Zoals eerder vermeld leidt vorming van vaste stof tot een incidenteel en/of structureel hoger stoomverbruik. Tevens kunnen, door keuze van de
25 toegevoerde stromen en hun temperaturen, de omstandigheden voor wat betreft warmteoverdracht en stofoverdracht optimaal gekozen worden hetgeen vooral gunstig is voor wat betreft de overgang van CO_2 uit de gasfase naar de vloeibare fase in de verdrongen condensor.

Indien de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom na het
30 verlaten van de verdrongen condensor en als gevolg van het contact met de waterige stroom een ongewenste hoeveelheid H_2O bevat, verdient het de voorkeur om een absorptiestap op de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom toe te passen,

waarin genoemde stroom in contact wordt gebracht met vloeibare NH_3 . Als gevolg hiervan zal het H_2O geabsorbeerd worden in de vloeibare NH_3 . De absorptiestap kan met behulp van op zich bekende technieken worden uitgevoerd, bijvoorbeeld in een schotelkolom.

In een andere uitvoeringsvorm van de condensatiestap volgens de
5 uitvinding wordt deze stap als een partiële condensatiestap uitgevoerd op de stroom die afkomstig is uit de desorptieinrichting en welke aan de NH_3 -scheidingsinrichting wordt toegevoerd. De partiële condensatiestap wordt bij voorkeur uitgevoerd door middel van indirecte koeling met een koelmedium, in bijvoorbeeld een warmtewisselaar. De stroom die afkomstig is uit de desorptieinrichting bevat tevens H_2O en NH_3 ; als gevolg van de
10 partiële condensatiestap zal ten minste een deel van de H_2O vloeibaar worden, waarin een deel van de CO_2 geabsorbeerd wordt, alsmede een deel van de NH_3 . Hierdoor wordt het bedrijven van de NH_3 -scheidingsinrichting eenvoudiger, en stabielere vanwege een kleiner risico op vorming van vaste stof. Bij voorkeur wordt het mengsel aanwezig in de NH_3 -scheidingsinrichting als koelmedium in de partiële condensatiestap gebruikt.

15 De werkwijze volgens de uitvinding wordt nader toegelicht aan de hand van de tekeningen.

In de tekeningen laat Figuur 1 een uitvoeringsvorm volgens de bekende stand der techniek zien, waarin in een absorber een in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom wordt afgescheiden van een gasvorming mengsel van NH_3 , CO_2 en
20 H_2O ;

Figuur 2 een uitvoeringsvorm volgens de uitvinding, waarin de condensatiestap wordt uitgevoerd op zowel de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom alsook op de stroom welke afkomstig is van de desorptieinrichting en welke aan de NH_3 -scheidingsinrichting wordt toegevoerd.

25 Het eerste cijfer van de nummers in de figuren is hetzelfde als het nummer van het figuur. Indien de laatste twee cijfers van de nummers van verschillende figuren overeenkomen, betreft het een zelfde onderdeel.

In Fig. 1 wordt een mengsel van NH_3 , CO_2 en H_2O via leiding 102 toegevoerd aan NH_3 -scheidingsinrichting 104, welke als een destillatiekolom is uitgevoerd
30 en bij voorkeur bij een temperatuur gelegen tussen $15 - 160^\circ\text{C}$ en bij een druk gelegen tussen 0,1 en 6 MPa bedreven wordt. Aan de NH_3 -scheidingsinrichting 104 wordt tevens via leiding 106 lucht gedoseerd, om de apparatuur te beschermen tegen corrosie. De in

hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom wordt via leiding 108 afgevoerd naar ammoniakkoeler 110; het mengsel wordt als een vloeibare oplossing van NH_3 en CO_2 in water via leiding 111 afgevoerd en overgebracht naar een – niet getekende – CO_2 -scheidingsinrichting. In ammoniakkoeler 110 wordt vrijwel alle NH_3 vloeibaar gemaakt en

5 via leiding 112 afgevoerd, deels om via leiding 114 gerecirculeerd te worden naar NH_3 -scheidingsinrichting 104, deels om via 113 elders te worden gebruikt. Uit ammoniakkoeler 110 komt tevens een gasfase, welke hoofdzakelijk uit inerte gassen en een weinig NH_3 bestaat en welke via leiding 116 naar wasser 118 wordt geleid. In wasser 118 wordt de stroom uit leiding 116 in contact gebracht met waswater, een in hoofdzaak uit water

10 bestaande stroom, welke via leiding 120 wordt aangevoerd, als gevolg waarvan de NH_3 in het waswater wordt opgenomen waarbij een oplossing van NH_3 in water ontstaat. De inerte gassen worden via leiding 122 afgevoerd; de oplossing van NH_3 in water wordt via leiding 124 naar koeler 126 toegevoerd, en daarna deels via leiding 128 gerecirculeerd naar wasser 118, en deels via leiding 130 wordt gerecirculeerd naar NH_3 -

15 scheidingsinrichting 104, waaraan verder nog via leiding 132 een stroom H_2O en via leiding 134 mengsel uit de niet afgebeelde desorptie-inrichting worden toegevoerd. De stroom H_2O welke via leiding 132 wordt aangevoerd dient in hoofdzaak voor het voorkomen van vaste stof vorming in de NH_3 -scheidingsinrichting 104 of voor het spoelen ervan in het geval dat vaste stof vorming toch heeft plaatsgevonden.

20 In Fig. 2 wordt een mengsel van NH_3 , CO_2 en H_2O via leiding 202 toegevoerd aan NH_3 -scheidingsinrichting 204; op het via 234 uit de desorptie-inrichting aangevoerde mengsel wordt in koeler 236 de partiële condensatiestap volgens de uitvinding toegepast. Hierbij dient mengsel uit de NH_3 -scheidingsinrichting 204, via leiding 238 aangevoerd, als koelmedium, waarna het mengsel via 240 weer teruggevoerd wordt

25 naar de NH_3 -scheidingsinrichting 204. Het partiële gecondenseerde uit de desorptie-inrichting afkomstige mengsel wordt via leiding 242 aan de NH_3 -scheidingsinrichting 204 toegevoerd. De in hoofdzaak uit gasvormig NH_3 bestaande stroom wordt via leiding 244 aan verdrongen condensor 246 toegevoerd en wordt daar in contact gebracht met een deel van de oplossing van NH_3 in water welke afkomstig is van koeler 226, en met een

30 stroom vloeibare NH_3 via 214 aangevoerd, waarbij een gas/vloeistofmengsel ontstaat welk via leiding 248 aan gas/vloeistof scheider 250 wordt toegevoerd. In scheider 250 wordt de vloeibare fase afgescheiden en afgevoerd via leiding 252, waarna de vloeibare fase wordt

samen gevoegd met het mengsel dat via 202 wordt aangevoerd; de gasfase wordt afgescheiden, afgevoerd en aan ammoniakkoeler 210 toegevoerd via leiding 208.

De werkwijze volgens de uitvinding wordt verder toegelicht aan de hand van een vergelijkend experiment en een Voorbeeld. Het vergelijkend experiment is gedaan volgens de uitvoeringsvorm van Fig. 1; het Voorbeeld is gedaan volgens de uitvoeringsvorm van Fig. 2. De resultaten zijn weergegeven in onderstaande tabellen.

Tabel 1 – Resultaten van het vergelijkend experiment (zie Fig. 1)

Stroom	P (MPa)	T (°C)	NH ₃ (kg/h)	CO ₂ (kg/h)	H ₂ O (kg/h)	N ₂ (kg/h)	O ₂ (kg/h)	Totaal (kg/h)
102	3	50	350	200	450			1000
106	2	80				4	1	5
108	2	50	680			10	3	693
111	2	136	320	250	660			1230
113	2	40	350					350
114	2	40	300					300
130	2	50	30		30			60
132	2	50			60			60
134	3	175	320	50	120	6	2	498

De totale hoeveelheid benodigde stoom van 4 Mpa en 430°C in het vergelijkend experiment was 700 kg/h. Teneinde de vorming van vaste stof tijdens operatie te voorkomen, was het noodzakelijk om een stroom water via 132 toe te voeren.

Tabel 2 – Resultaten van het Voorbeeld (zie Fig. 2)

Stroom	P (MPa)	T (°C)	NH₃ (kg/h)	CO₂ (kg/h)	H₂O (kg/h)	N₂ (kg/h)	O₂ (kg/h)	Totaal (kg/h)
202	3	50	350	200	450			1000
206	2	80				4	1	5
208	2	50	450			10	3	463
211	2	135	300	250	600			1150
213	2	40	350					350
214	2	40	70					70
230	2	50	30		50			80
232					0			0
234	3	170	300	50	100	6	2	458
244	2	100	530	10	20	10	3	573
252	2	50	180	10	70			260

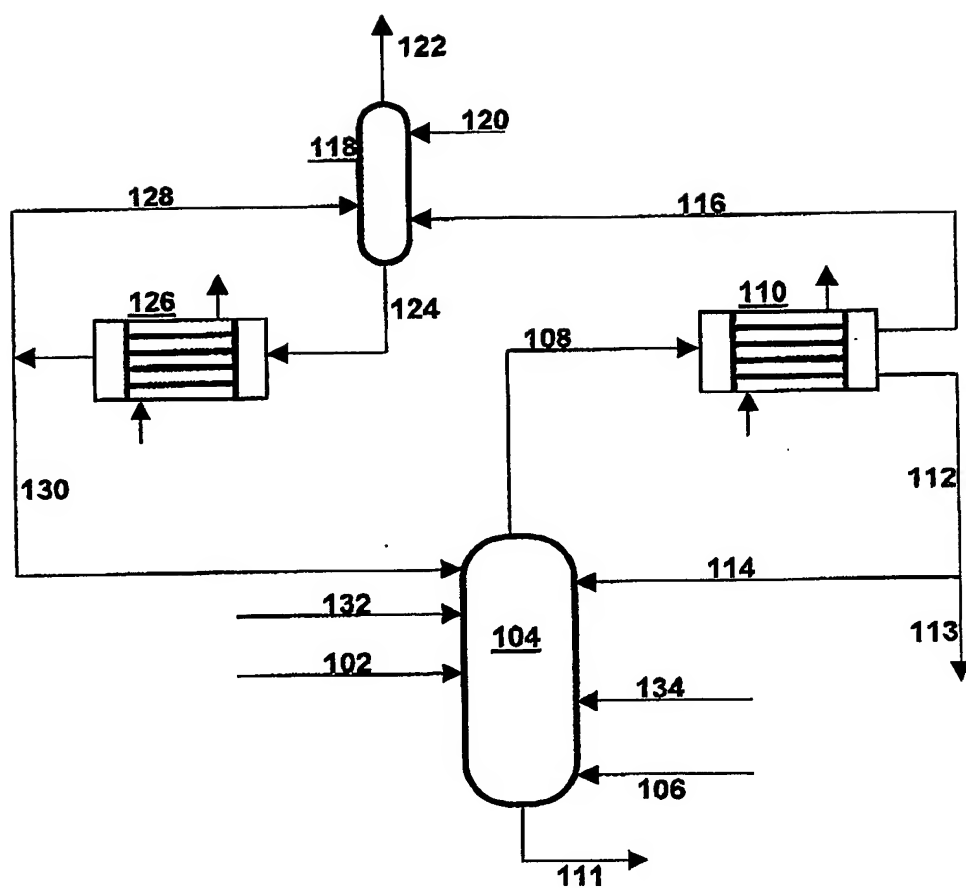
- De hoeveelheid benodigde stoom van 4 Mpa en 430°C in het vergelijkend
- 5 experiment was 650 kg/h. Tijdens bedrijfsoperatie bleek dat in het Voorbeeld geen vaste stofvorming optrad, ofschoon geen stroom water via 232 werd toegevoerd zoals in het vergelijkend experiment noodzakelijk was. Hieruit blijkt de stabiliserende werking van de condensatiestap volgens de uitvinding. Daarnaast blijkt de hoeveelheid benodigde stoom in het Voorbeeld lager te zijn dan in het vergelijkend experiment, ofschoon dezelfde
- 10 hoeveelheid mengsel verwerkt wordt. Deze lagere stoombehoefte is een additioneel voordeel van de werkwijze volgens de uitvinding.

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het afscheiden van NH_3 uit een mengsel bevattende NH_3 , CO_2 en H_2O , omvattende een NH_3 -rectificatiestap welke wordt uitgevoerd in een NH_3 -scheidingsinrichting waaraan één of meer stromen welke NH_3 , CO_2 en H_2O bevatten, waaronder het mengsel, worden toegevoerd, waarbij een in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom in de NH_3 -scheidingsinrichting wordt gevormd, van het mengsel afgescheiden en afgevoerd, met het kenmerk dat een condensatiestap wordt uitgevoerd op ten minste één van de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom of de aan de NH_3 -scheidingsinrichting toegevoerde één of meer stromen welke NH_3 , CO_2 en H_2O bevatten, waarin ten minste een deel van de aanwezige CO_2 in een vloeibare fase wordt gebracht.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, waarin de condensatiestap wordt uitgevoerd door de te condenseren stroom te koelen en/of in contact te brengen met een absorberend medium.
3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, waarbij de werkwijze, tenelnde CO_2 en H_2O af te scheiden van het mengsel, verder omvat:
 - een CO_2 -rectificatiestap, welke in een CO_2 -scheidingsinrichting wordt toegepast op het mengsel afkomstig uit de NH_3 -scheidingsinrichting onder toevoering van een stroom afkomstig uit een desorptieinrichting, waarbij een in hoofdzaak uit CO_2 bestaande stroom in de CO_2 -scheidingsinrichting wordt gevormd en van het mengsel wordt afgescheiden, en
 - een desorptiestap, welke in de desorptieinrichting wordt toegepast op het mengsel afkomstig uit de CO_2 -scheidingsinrichting, waarin een in hoofdzaak uit H_2O bestaande stroom wordt gevormd en van het mengsel wordt afgescheiden, waarna het mengsel wordt teruggevoerd naar de NH_3 -scheidingsinrichting en/of de CO_2 -scheidingsinrichting, waarin de condensatiestap wordt uitgevoerd op de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom uit de NH_3 -scheidingsinrichting en/of op ten minste een deel van de stroom welke afkomstig is van de desorptieinrichting en welke aan de NH_3 -scheidingsinrichting wordt toegevoerd.

4. Werkwijze volgens een der conclusies 1 - 3, waarin de condensatiestap wordt uitgevoerd op de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom uit de NH_3 -scheidingsinrichting in een verdronken condensor onder toevoering van een waterige stroom en/of vloeibare NH_3 als absorberend medium.
5. Werkwijze volgens conclusie 4, waarin na de condensatiestap een absorptiestap op de in hoofdzaak uit gasvormige NH_3 bestaande stroom wordt toegepast, waarin genoemde stroom in contact wordt gebracht met vloeibare NH_3 .
6. Werkwijze volgens een der conclusies 1 - 3, waarin de condensatiestap als een partiële condensatiestap wordt uitgevoerd, middels indirecte koeling met een koelmedium, op de stroom die afkomstig is uit de desorptieinrichting en welke aan de NH_3 -scheidingsinrichting wordt toegevoerd.
7. Werkwijze volgens conclusie 6, waarin het mengsel aanwezig in de NH_3 -scheidingsinrichting als koelmedium in de partiële condensatiestap wordt gebruikt.

FIGUUR 1/2



FIGUUR 2/2

